### (12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro





(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 14. August 2003 (14.08.2003)

**PCT** 

## (10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 03/066962 A1

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: D21H 17/70, 19/38

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP03/01019

(22) Internationales Anmeldedatum:

3. Februar 2003 (03.02.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

102 04 254.3 2. Februar 2002 (02.02.2002) DE 102 04 255.1 2. Februar 2002 (02.02.2002) DE

- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): VOITH PAPER PATENT GMBH [DE/DE]; Herrn Ralf Wilhelmstätter, Patentabteilung zjp, St. Poeltener Strasse 43, 89522 Heidenheim (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): DOELLE, Klaus [DE/DE]; Eichenweg 29, 88353 Kisslegg (DE).
- (74) Gemeinsamer Vertreter: VOITH PAPER PATENT GMBH; Herrn Ralf Wilhelmstätter, Patentabteilung zjp, St. Poeltener Strasse 43, 89522 Heidenheim (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### Erklärung gemäß Regel 4.17:

— Erfindererklärung (Regel 4.17 Ziffer iv) nur für US

#### Veröffentlicht:

mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR PREPARING FIBRES CONTAINED IN A PULP SUSPENSION

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR AUFBEREITUNG VON IN EINER FASERSTOFFSUSPENSION ENTHALTENEN FASERN

(57) Abstract: The invention relates to a method for preparing fibres contained in a pulp suspension, comprising the following steps: provision of the fibres in the form of a suspension with a predeterminable solid concentration; loading of the fibres with a precipitation product; grinding of the fibres loaded with the precipitation product to produce precipitation product particles with maximum dimensions ranging between approximately 0.05 and 5  $\mu$ m. The invention is characterised in that crystalline precipitation product particles are produced and said production of the latter takes place in an online process directly in the stock preparation line.

(57) Zusammenfassung: Ein Verfahren zur Aufbereitung von in einer Faserstoffsuspension enthaltenen Fasern enthält die folgende Schritte: - Bereitstellen von Fasern in Form einer Suspension mit einer vorgebbaren Feststoffkonzentration, - Beladen der Fasern mit einem Fällungsprodukt, - Mahlen der mit dem Fällungsprodukt beladenen Fasern zur Erzeugung von maximalen Abmessungen der Fällungsprodukteilchen in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 5  $\mu$ m, - wobei kristalline Fällungsproduktteilchen erzeugt werden und die Erzeugung der kristallinen Fällungsproduktteilchen in einem Online-Prozess direkt in der Stoffaufbereitungslinie erfolgt.



5

## Verfahren zur Aufbereitung von in einer Faserstoffsuspension enthaltenen Fasern

10

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufbereitung von in einer Faserstoffsuspension enthaltenen Fasern und/oder zur Aufbereitung von Streichfarbe für gestrichene Papiere.

15

20

25

Bei der Papierherstellung sind Füllstoffe wie insbesondere gefälltes Calciumcarbonat (PCC = precipitated calcium carbonate) oder zerkleinertes oder gemahlenes Calciumcarbonat (GCC = ground calcium carbonate) übliche Substanzen, die dazu verwendet werden, den Fasergehalt zu reduzieren sowie die optischen Eigenschaften des Papiers zu verbessern.

Bei den handelsüblichen PCC- oder GCC-Füllstoffen handelt es sich um Massenware, die in speziellen Herstellungsbetrieben erzeugt wird, die einer Papierfabrik als Satellitenanlage zugeordnet sein können. Eine Online-Herstellung von PCC wurde oder wird in der Papierindustrie jedoch niemals erwogen, was auf die besonderen Prozesseigenschaften zurückzuführen ist, die zur Herstellung von PCC erforderlich sind. Stattdessen wird PCC oder GCC als Schüttgut oder in Form einer Suspension zu den Papierfabriken transportiert.

Überdies werden PCC- und GCC-Füllstoffe als Streichpigmente in Größen von 0,3 μ m und darüber eingesetzt. Da die kleinen Teilchen von GCC-Füllstoffen nicht die erforderlichen optischen Eigenschaften mit sich bringen, wird TiO<sub>2</sub> zugesetzt. Beim Bestreichen können die erforderlichen optischen Eigenschaften durch den Einsatz von TiO<sub>2</sub> erreicht werden, bei dem es sich allerdings um ein sehr teures und schleifendes Pigment handelt, das bis zu 10 mal so teuer wie die PCC- oder

GCC-Pigmente sein kann. Da die optischen Eigenschaften der derzeit gebräuchlichen GCC- und PCC-Pigmente bedingt durch das Herstellungsverfahren begrenzt sind, wird bisher TiO<sub>2</sub> eingesetzt, um diese Eigenschaften zu verbessern.

Das Beladen mit einem Zusatzstoff, z.B. Füllstoff, kann beispielsweise durch eine chemische Fällungsreaktion, d.h. insbesondere durch einen so genannten "Fiber Loading<sup>TM</sup>"-Prozess erfolgen, wie er unter anderem in der US-A-5 223 090 beschrieben ist. Bei einem solchen "Fiber Loading<sup>TM</sup>"-Prozess wird an die benetzten Faseroberflächen des Fasermaterials wenigstens ein Zusatzstoff, insbesondere Füllstoff, eingelagert. Dabei können die Fasern beispielsweise mit Calciumcarbonat beladen werden. Hierzu wird dem feuchten, desintegrierten Fasermaterial Calciumoxid und/oder Calciumhydroxid so zugesetzt, dass zumindest ein Teil davon sich mit dem im Fasermaterial vorhandenen Wasser assoziiert. Das so behandelte Fasermaterial wird anschließend mit Kohlendioxid beaufschlagt.

Bei Zusetzung des Calciumoxids und/oder des Calciumhydroxids enthaltenen Mediums an die Faserstoffsuspension läuft eine chemische Reaktion mit exothermer Eigenschaft ab, wobei das Calciumhydroxid vorzugsweise in flüssiger Form (Kalkmilch) zugesetzt wird. Dies bedeutet, dass nicht unbedingt das möglicherweise in bzw. an den Faserstoffen der Faserstoffsuspension ein- bzw. angelagerte Wasser zum Start und Ablauf der chemischen Reaktion notwendig ist.

Ziel der Erfindung ist es, ein verbessertes Verfahren der eingangs genannten Art zu schaffen.

- Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren zur Aufbereitung von in einer Faserstoffsuspension enthaltenen Fasern und/oder zur Aufbereitung von Streichfarbe für gestrichene Papiere mit den folgenden Schritten:
  - Bereitstellen von Fasern in Form einer Suspension mit einer vorgebbaren Feststoffkonzentration,
- 30 Beladen der Fasern mit einem Fällungsprodukt,

- Mahlen der mit dem Fällungsprodukt beladenen Fasern zur Erzeugung von maximalen Abmessungen der Fällungsprodukteilchen in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 5  $\mu$  m,
- wobei kristalline Fällungsproduktteilchen erzeugt werden und die Erzeugung der kristallinen Fällungsproduktteilchen in einem Online-Prozess direkt in der Stoffaufbereitungslinie erfolgt.

5

10

15

Dabei kann für den Online-Prozess zumindest eine der folgenden Einrichtungen und/oder Mittel eingesetzt werden: Reinigungseinrichtung, insbesondere HC-Reiniger, Mitscheinrichtung, insbesondere statischer Mischer, Kalklöscheinrichtung, Presse, insbesondere Schraubenpresse oder Riemenpresse, Ausgleichsreaktor, Kristallisator, weitere Mischeinrichtung, insbesondere statischer Mischer, CO<sub>2</sub>-Versorgungseinrichtung oder zusätzliche CO<sub>2</sub>-Wiedergewinnungseinrichtung, optionaler CO<sub>2</sub>-Erhitzer, optionaler chemischer Bleichmittelzusatz, Presswassertank.

Die Bildung kristalliner Fällungsproduktteilchen bringt unter anderem den Vorteil mit sich, dass, soweit erforderlich, für das Endprodukt höhere Glanzwerte erreicht werden können.

- Anzumerken ist, dass im Regelfall nur beladene Fasern gemahlen werden. Die Streichfarbe wird im Regelfall nicht gemahlen, sie kann aber gemahlen werden. Generell hängt dies von der jeweiligen Definition, aber auch vom jeweiligen Kristallisierungsvorgang ab. Werden CaCO-Kristalle in der Streichküche hergestellt, so sind keine Fasern in der Suspension vorhanden, das heißt der Pumpchrystallizer arbeitet nur als hocheffizienter chemischer Reaktor oder Mixer. Natürlich könnte man in dem Mix- und Reaktionsprozess auch eine Mahlkomponente sehen, speziell durch die Reibung der Partikel in der Suspension, unterstützt durch den Rotor und den Stator.
- 30 Gemäß einer bevorzugten praktischen Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das Presswasser auf der Kristallisatorseite als Verdünnungswasser verwendet.

Die weitere Mischeinrichtung kann insbesondere zur Feineinstellung des pH-Wertes der Faserstoffsuspension, vorzugsweise in einem Bereich zwischen 6 und 8, verwendet werden.

5

Die erste Mischeinrichtung wird vorzugsweise zum Einmischen der Kalkmilch in die Faserstoffsuspension verwendet.

Gemäß einer weiteren zweckmäßigen Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Reinigungseinrichtung zur Verhinderung einer während des Prozesses auftretenden Verunreinigung durch schwerere Materialien wie insbesondere Sand, Steine und Metallstücke eingesetzt.

Vorteilhafterweise wird zumindest ein Teil des benötigten CO<sub>2</sub> durch ein CO<sub>2</sub>15 Wiedergewinnungssystem bereitgestellt. So kann es beispielsweise aus dem Rauchgas von Boilern oder dem Rauchgas von Kraftwerken wiedergewonnen werden.

Gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist 20 das Fällungsprodukt Calciumcarbonat.

Bei Zusetzung des Calciumoxids und/oder des Calciumhydroxids enthaltenen Mediums an die Faserstoffsuspension läuft eine chemische Reaktion mit exothermer Eigenschaft ab, wobei das Calciumhydroxid vorzugsweise in flüssiger Form (Kalkmilch) zugesetzt wird. Dies bedeutet, dass nicht unbedingt das möglicherweise in bzw. an den Faserstoffen der Faserstoffsuspension ein- bzw. angelagerte Wasser zum Start und Ablauf der chemischen Reaktion notwendig ist.

Bei Zusetzung des Calciumoxids und/oder des Calciumhydroxids enthaltenen Mediums an die Faserstoffsuspension läuft eine chemische Reaktion mit exothermer Eigenschaft ab, wobei das Calciumhydroxid vorzugsweise in flüssiger Form (Kalkmilch) zugesetzt wird. Dies bedeutet, dass nicht unbedingt das möglicherweise in bzw. an den Faserstoffen der Faserstoffsuspension ein- bzw. angelagerte Wasser zum Start und Ablauf der chemischen Reaktion notwendig ist.

Es können beispielsweise Fällungsproduktteilchen von einer rhomboedrischen Form mit einer jeweiligen Würfelgröße in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$  m erzeugt werden. In bestimmten Fällen ist es auch von Vorteil, Fällungsproduktteilchen von einer skalenoedrischen Form mit einer jeweiligen Länge in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$ m und einem jeweiligen Durchmesser in einem Bereich von etwa 0,01 bis etwa 0,05  $\mu$ m zu erzeugen.

20

10

15

Gemäß einer bevorzugten praktischen Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Feststoffkonzentration der bereitgestellten Faserstoffsuspension in einem Bereich von etwa 5 bis etwa 60 % und vorzugsweise in einem Bereich von etwa 10 bis etwa 35 % gewählt.

25

Von Vorteil ist insbesondere auch, wenn zum Beladen der Fasern mit Calciumcarbonat der Faserstoffsuspension Calciumoxid und/oder Calciumhydroxid zugesetzt und die Fällung durch Beaufschlagen der Faserstoffsuspension mit Kohlendioxid ausgelöst wird.

30

Beim Beladen z.B. der Fasern mit Füllstoff kann also beispielsweise Calciumcarbonat (CaCO<sub>3</sub>) an die benetzten Faseroberflächen eingelagert werden, indem dem

feuchten Fasermaterial Calciumoxid (CaO) und/oder Calciumhydroxid (Ca(OH)<sub>2</sub>) zugesetzt wird, wobei zumindest ein Teil davon sich mit dem Wasser der Faserstoffmenge assoziieren kann. Das so behandelte Fasermaterial kann dann mit Kohlendioxid (CO<sub>2</sub>) beaufschlagt werden.

5

Der Begriff "benetzte Faseroberflächen" kann alle benetzten Oberflächen der einzelnen Fasern umfassen. Dabei ist insbesondere auch der Fall mit erfasst, bei dem die Fasern sowohl an ihrer Außenfläche als auch in ihrem Innern (Lumen) mit Calciumcarbonat bzw. einem beliebigen anderen Fällungsprodukt beladen werden.

10

Demnach können beispielsweise die Fasern z.B. mit dem Füllstoff Calciumcarbonat beladen werden, wobei die Anlagerung an die benetzten Faseroberflächen durch einen so genannten "Fiber Loading<sup>TM</sup>"-Prozess erfolgt, wie er als solcher in der US-A-5 223 090 beschrieben ist. In diesem "Fiber Loading<sup>TM</sup>"-Prozess reagiert z.B. das Kohlendioxid mit dem Calciumhydroxid zu Wasser und Calciumcarbonat.

Das Calciumhydroxid kann der Faserstoffsuspension in Flüssigform oder in Trockenform zugeführt werden.

20

15

Gemäß einer zweckmäßigen praktischen Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das Kohlendioxid der Faserstoffsuspension bei einer Temperatur in einem Bereich von etwa -15 bis etwa 120 °C und vorzugsweise in einem Bereich von etwa 20 bis etwa 90 °C zugesetzt.

25

30

Das hergestellte Papier kann also Füllstoffe in einer Größenordnung von etwa 0,05 bis etwa 5  $\mu$ m enthalten, wodurch die optischen Eigenschaften des Endproduktes erhöht werden. Bei dem Füllstoff kann es sich insbesondere um Calciumcarbonat handeln, das in der Natur z.B. als Calcit oder Kalkspat, Aragonit und in der selteneren Form Vaterit vorkommt. Der Füllstoff kann hauptsächlich aus der Form Calcit bestehen, von der über 300 verschiedene Kristallformen existieren sollen. Die Form der eingesetzten Füllstoffteilchen kann z.B. rhomboedrisch mit einer jeweiligen Würfelgröße in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$ m oder

beispielsweise skalenoedrisch mit einer jeweiligen Länge in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$ m und einem jeweiligen Durchmesser in einem Bereich von etwa 0,01 bis etwa 0,05  $\mu$ m sein, in Abhängigkeit von der jeweils herzustellenden Papiersorte.

5

10

Der Füllstoff ist gut auf, um und innerhalb der Fasern verteilt, was bedeutet, dass keine Agglomeration von Kristallen in Bündeln anzutreffen ist. Das jeweilige Füllstoffteilchen, nämlich das Kristall, ist individuell beabstandet oder vereinzelt auf der Faser vorgesehen. Das Füllstoffteilchen bedeckt die Faser durch Anlagerung an der Faser, wodurch die optischen Eigenschaften des Endproduktes verbessert werden. Die Teilchengröße ist daher wesentlich zur Erzielung einer optimalen Opazität. Eine hohe Opazität wird dann erreicht, wenn das Farbspektrum des sichtbaren Lichtes gut gestreut ist. Wird das Farbspektrum absorbiert, so ergibt sich die Farbe schwarz. Fällt die Größe der Füllstoffteilchen unter 0,2 bis 0,5  $\mu$  m, do ergibt sich eine Tendenz zur Transparenz und höherem Glanz.

Zur Erzielung der zuvor genannten Ergebnisse kann der betreffende Herstellungsprozess zur Erzeugung der Füllstoffkristalle beispielsweise wie folgt ausgestaltet sein und die folgenden Variablen besitzen:

20

15

- Feuchter, d.h. noch nicht getrockneter Pulp oder Stoff
- Calciumhydroxid in Flüssig- oder Trockenform
- CO<sub>2</sub>
- Gaszone
- 25 Rotor
  - Stator
  - Erzeugen von Kristallen in einer Gasatmosphäre ohne Einbringen von Mischenergie
  - Mischen bei geringer Scherung
- 30 kein Druckbehälter

Die zuvor mit Ca(OH)<sub>2</sub> gemischte Faserstoffsuspension wird in einen Fluffer, Refiner, Disperger oder dergleichen bei einer Konsistenz oder Feststoffkonzentration in einem Bereich von etwa 5 bis etwa 60 %, vorzugsweise in einem Bereich von etwa 10 bis etwa 35 %, gegeben. Das Ca(OH)<sub>2</sub> kann in Flüssig- oder in Trockenform zugesetzt werden. Die Faserstoffsuspension wird mit CO<sub>2</sub> beaufschlagt. Das CO<sub>2</sub> kann z. B. bei Temperaturen in einem Bereich zwischen etwa - 15 und etwa 120 °C und vorzugsweise bei Temperaturen in einem Bereich zwischen etwa 20 und etwa 90 °C zugesetzt werden.

Die Faserstoffsuspension gelangt in die Gaszone, wo jede einzelne Faser einer Gasatmosphäre ausgesetzt ist, gefolgt von der Fällungsreaktion, mit der sich unmittelbar das CaCO<sub>3</sub> ergibt. Die Form der CaCO<sub>3</sub>-Kristalle kann z.B. rhomboedrisch, skalenoedrisch oder kugelförmig sein, wobei insbesondere die Kristallmenge vom gewählten Temperaturbereich für die Faserstoffsuspension und vom CO<sub>2</sub>- sowie vom Ca(OH)<sub>2</sub>-Gehalt in der Faserstoffsuspension abhängig ist. Nachdem die Faserstoffsuspension mit den gebildeten Kristallen die Gaszone passiert hat, wird das gebildete PCC oder die Faserstoffsuspension mit den Kristallen im Lumen, auf der Faser und zwischen den Fasern durch einen Rotor und einen Stator geführt, wo die Verteilung der Kristalle in der Faserstoffsuspension unter

Während die Faserstoff/Kristallsuspension den Rotor passiert, tritt eine Scherverteilung auf, die eine Größenverteilung der Kristalle von etwa 0,05 bis etwa 0,5  $\mu$  m und vorzugsweise von etwa 0,3 bis etwa 2,5  $\mu$  m mit sich bringt.

25

30

5

Die Form der verwendeten Füllstoffteilchen ist beispielsweise rhomboedrisch mit einer jeweiligen Würfelgröße in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$ m oder skalenoedrisch mit einer jeweiligen Länge in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$ m und einem jeweiligen Durchmesser in einem Bereich von etwa 0,01 bis etwa 0,5  $\mu$ m, abhängig von der herzustellenden Papiersorte.

Je weiter die Faserstoffsuspension auf der Rotorscheibe anzutreffen ist, umso geringer ist die Scherung, abhängig von dem zur Verdünnung zugesetzten  $H_2O$ . Die Konzentration der die Rotorscheibe passierenden Faserstoffsuspension beträgt etwa 0,1 bis etwa 50 % und vorzugsweise etwa 35 bis etwa 50 %.

5

10

15

Der die CO<sub>2</sub>-Zufuhrleitung beaufschlagende Druck liegt insbesondere in einem Bereich von etwa 0,1 bis etwa 6 bar, und vorzugsweise in einem Bereich von etwa 0,5 bis etwa 3 bar, um eine konstante CO<sub>2</sub>-Versorgung zum Gasring für die erwünschte chemische Reaktion sicher zu stellen. Wie bei der Wasserversorgung über einen Gartenschlauch ist bei hohem Wasserbedarf der Druck zu erhöhen, um mehr durch den Schlauch zu fördern. Da es sich bei dem CO<sub>2</sub> um ein kompressibles Gas handelt, kann die erforderliche Menge auch dazu erhöht werden, eine vollständige Reaktion sicherzustellen. Die CO<sub>2</sub>-Versorgung und damit die das CaCO<sub>3</sub> hervorbringende Fällungsreaktion kann über den pH-Wert gesteuert und/oder geregelt werden.

Es können beispielsweise pH-Werte in einem Bereich von 6,0 bis etwa 10,0 pH, vorzugsweise in einem Bereich von etwa 7,0 bis etwa 8,5 pH für die abschließende Reaktion der CaCO<sub>3</sub>-Kristalle ins Auge gefasst werden. Die für diesen Prozess eingesetzte Energie kann insbesondere in einem Bereich zwischen etwa 0,3 und etwa 8 kWh/t und vorzugsweise in einem Bereich zwischen etwa 0,5 und etwa 4 kWh/t liegen. Verdünnungswasser kann zugesetzt und mit der Faserstoffsuspension vermischt werden, um eine abschließende Verdünnung zu erhalten, in der die erzeugte Faserstoffsuspension mit Füllstoff eine Konsistenz oder Feststoffkonzentration in einem Bereich von beispielsweise etwa 0,1 bis etwa 16 %, vorzugsweise in einem Bereich von etwa 2 bis etwa 6 % besitzt. Die Faserstoffsuspension wird dann in einer Maschine, einem Behälter oder der nächsten Prozessmaschine der Atmosphäre ausgesetzt.

5

10

15

20

25

30

Die Rotationsgeschwindigkeit der Rotorscheibe kann am Außendurchmesser, insbesondere in einem Bereich von etwa 20 bis 100 m/s und vorzugsweise in einem Bereich von etwa 40 bis etwa 60 m/s liegen.

Der Spalt zwischen Rotor und Stator beträgt beispielsweise etwa 0,5 bis etwa 100 mm und vorzugsweise etwa 25 bis etwa 75 mm.

Der Durchmesser des Rotors und des Stators kann insbesondere in einem Bereich von etwa 0,5 bis etwa 2 m liegen.

Die Reaktionszeit liegt vorzugsweise in einem Bereich von etwa 0,001 bis 1 min, vorzugsweise in einem Bereich von etwa 0,1 bis etwa 10 sec.

Das oben beschriebene Verfahren ermöglicht die Herstellung einzelner Teilchen, die gleich voneinander beabstandet und an die Fasern angelagert sind, wobei sie die Fasern in der erforderlichen Art und Weise bedecken, um die Erfordernisse für den gewünschten hohen Grad an weißem oder Glanzpapier zu erfüllen. Die Teilchengröße liegt vorzugsweise in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 5  $\mu$  m, wobei die bevorzugte Größe für die rhomboedrische Form eines Würfels in einem

Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$ m oder für eine skalenoedrische Form bezüglich der Länge in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$ m und bezüglich des Durchmessers in einem Bereich von etwa 0,01 bis etwa 0,5  $\mu$ m liegt. Für Hochglanzanwendungen sollte die Teilchengröße zweckmäßigerweise unterhalb von 0,2 bis 0,5  $\mu$ m liegen.

Es wird also insbesondere auch ein Online-Prozess zur Herstellung von aus gefälltem Calciumcarbonat bestehenden Füllstoffteilchen direkt in der Stoffaufbereitungslinie angegeben.

10

15

20

25

30

5

Die Vorteile der erhaltenen Füllstoffteilchen bestehen unter anderem in folgendem:

- Es ist nunmehr möglich, die erforderlichen Füllstoffteilchen gleichmäßig über die Faseroberfläche zu verteilen, wodurch die besten optischen Eigenschaften online in der Stoffaufbereitung erzielt werden, wobei das erreichte Füllstoffniveau unterhalb oder oberhalb 40 % liegen kann.
- Da auch innerhalb des Faserlumens Füllstoffteilchen eingebettet sind, wird die Tendenz einer Schwärzung durch Kalandrieren deutlich reduziert.
- Es wird ein neuer Weg zur Einlagerung von Pigmenten geschaffen, um die gewünschten optischen Eigenschaften und die gewünschte Bedruckbarkeit in und auf dem Papierblatt direkt bei der Papierherstellung und nicht während des Streichprozesses zu erreichen. Beim vorliegenden Ausführungsbeispiel kann der Streichprozess also nur zur Feineinstellung der Eigenschaften der Papieroberfläche vorgesehen sein. Alternativ oder zusätzlich ist jedoch auch eine entsprechende Beeinflussung im Streichprozess denkbar.
- Da die Füllstoffteilchen an die Fasern eingelagert sind, können sie in der Sieb- oder Langsiebpartie einer Papiermaschine nicht mehr ausgewaschen werden, so dass es nicht erforderlich ist, sich mit diesen Teilchen wie im Zusammenhang mit den üblicherweise verwendeten GCC- oder PCC Teilchen durch den Streichprozess hindurch zu befassen, was bedeutet, dass Streichpartikel eingespart werden können, was zu höheren Maschinengeschwindigkeiten führen kann, da eine geringere Streichfarbenmenge aufgebracht werden muss.

- Da die Füllstoffteilchen an die Fasern in einem Online-Prozess eingelagert, d.h. in dem Faserstoffaufbereitungssystem kristallisiert werden, können wirtschaftliche Vorteile durch Einsparungen von Retentionsmitteln, Fasern und Sludge, die Verringerung der Siebwasserverunreinigung sowie die Einsparung von Energie und Rohmaterial erzielt werden.
- Mit den gebildeten Füllstoffteilchen ist die Erzeugung von Hochglanzpapier möglich.
- Da die gefällten Füllstoffteilchen in geringerem Maße scheuernd oder schleifend sind, kann von einer längeren Lebensdauer der Streichausrüstung sowie der Papiermaschinenfilze und- siebe ausgegangen werden.
- Der Einsatz von TiO<sub>2</sub> kann verringert werden, nachdem ein höherer Weißgrad und bessere optische Eigenschaften erreicht werden können.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist insbesondere auch für Streichfarbe für gestrichene Papiere anwendbar. Die PCC-Herstellung kann Teil des Streichprozesses sein, wobei wieder die genannten Kristallformen gebildet werden können.

Dabei ist es insbesondere möglich, eine Online-Streichmaschine zwischen der Vor- und Nachtrocknung sowie die Verwendung einer Streicheinrichtung bzw. Veredelungsmaschine unabhängig von der Papiermaschine in der folgenden Weise zu beeinflussen:

- Es muss weniger TiO<sub>2</sub> verwendet werden.

5

10

20

30

- Die Papieroberfläche wird durch kleine Kristalle verbessert. Es wird weniger Streichslurry benötigt.
- Es ergibt sich eine bessere Bedruckbarkeit, da die Fasern gleichmäßig mit Kristallen überzogen sind.
  - Da die Fasern gleichmäßig mit Kristallen überzogen sind, wird auch die Wasseraufnahme und die Ölaufnahme verringert.
  - Zudem wird der Verschleiß in der Streicheinrichtung sowie in der Papiermaschine verringert, wenn eine Online-Streichung erfolgt.

Demzufolge ist das erfindungsgemäße Verfahren insbesondere auch kombiniert bei einer Streichmaschine und einer Papiermaschine anwendbar.

Grundsätzlich sind sowohl ein Offline- als auch ein Online-Betrieb denkbar.

5

15

20

25

Im Unterschied zu den herkömmlichen PCC-Füllstoffen werden erfindungsgemäß besondere Kristallformen hergestellt, die unter anderem beispielsweise auch während des Streichprozesses in der gewünschten Weise änderbar sind.

20 Zu den in Frage kommenden möglichen Papiersorten zählen unter anderem:

Druck- und Schreibpapiere:

- Diese können aus Zeitungspapier hergestellt sein.
- Holzhaltige oder holzfreie gestrichene Druck- und Schreibpapiere
- nicht gestrichene holzhaltige oder holzfreie Druck- und Schreibpapiere.

Durch Holzstoff oder Zellstoff bestimmte Papiersorten:

 Bekannt als holzhaltige Papiersorten mit Holz- oder Zellstoff in einem Bereich von 25 % bis 100 %. Chemiepulpe wird hinzugefügt, um die Festigkeit und die Runnability von Streichmaschinen und Papiermaschinen zu erhöhen, etc.

Zeitungspapiersorten:

- Kann bis zu 100 % recycelte Fasern oder bis zu 100 % Holz- oder Zellstoff enthalten, bei dem es sich entweder um mechanischen Holzschliff, thermomechanischen Pulp (TMP = Thermomechanical Pulp), Druckschleifpulp (PGB = Pressure Ground Wood Pulp), oder um CTMP (Chemithermomechanical Pulp) handeln kann. Der Einsatz von chemischem Pulp kann bis zu 30 % reichen. Der Einsatz von recycelten Fasern (RCF – Recycled Fibers) kann den Füllstoffgehalt anheben.

30

SC-Papiere:

- Hierbei handelt es sich um eine Papiersorte, die durch den Einsatz von chemischem Pulp bestimmt ist und einen Füllstoffgehalt bis zu 30 % aufweisen kann.

#### 5 Gestrichene Papiersorten:

- Diese Papiersorten sind durch mechanischen Pulp, d.h. mechanischen Holzstoff oder Zellstoff, bestimmt, bis zu 100 %.

#### Chemiepulpsorten:

- Diese enthalten mechanischen Pulp bis zu 10 %. Es werden sowohl Hartholz- als auch Weichholz-Chemiepulps eingesetzt.

#### Kopierpapier:

15

20

- Dieses besteht aus bis zu 90 bis 100 % aus Neuchemiepulp-Fasern, kann jedoch recycelte Fasern bis zu 100 % enthalten, wobei ein Füllstoffgehalt bis zu etwa 30 % vorgesehen sein kann.

#### Druck- und Schreibpapiere:

- Diese können aus Zeitungspapier hergestellt sein.
- Holzhaltige oder nicht holzhaltige gestrichene Druck- und Schreibpapiere.
  - Holzhaltige und nicht holzhaltige nicht gestrichene Druck- und Schreibpapiere.

#### Kartonsorten:

Diese enthalten eine Deckschicht aus einer Mischung aus gebleichtem Hartholz (bis zu 90 %) und gebleichtem Weichholz (bis zu 30 %), wobei die Deckschicht oder die Bodenschicht gestrichen wird. Es kann auch in der Unterschicht eingesetzt werden, die Mischungen aus entfärbtem Pulp (deinked pulp), OCC und Computerausdrucken enthalten kann. Die mittlere Lage enthält beispielsweise eine Mischung aus Abfall und Fertigungsausschuss, während die Basisschicht ungebleichtes Weichholz und Fertigungsausschuss sowie OCC enthalten kann.

Das erfindungsgemäße Verfahren lässt sich beispielsweise in einem "Fiber Loading<sup>TM</sup>"-System der in der einzigen Figur der Zeichnung wiedergegebenen Art verwirklichen.

5

10

15

20

25

Danach kann für den Online-Prozess zumindest eine der folgenden Einrichtungen und/oder Mittel eingesetzt werden: Reinigungseinrichtung 10, insbesondere HC-Reiniger (High Consistency-Reiniger), Mischeinrichtung 12, insbesondere statischer Mischer, Kalklöscheinrichtung 14, Presse 16, insbesondere Schraubenpresse oder Riemenpresse, Ausgleichsreaktor 18, Kristallisator 20, weitere Mischeinrichtung 22, insbesondere statischer Mischer, CO<sub>2</sub>-Versorgungseinrichtung 24 oder zusätzliche CO<sub>2</sub>-Wiedergewinnungseinrichtung, optionaler CO<sub>2</sub>-Erhitzer 26, optionale chemische Bleichmittelzusätze, Presswassertank 28.

Die Reinigungseinrichtung 10 oder eine gleichwertige Einrichtung ist in bevorzugter Weise mit mindestens einem Mechanismus, der eine Schutzfunktion bewirkt, ausgestattet.

Die Mischeinrichtung 10 und die weitere Mischeinrichtung 22 können in weiterer Ausgestaltung auch gemäß den in der deutschen Offenlegungsschrift DE 41 25 513 A1 offenbarten Vorrichtungen zum vermischen von suspendiertem Faserstoff ausgebildet sein. Eine derartige Vorrichtung umfasst eine Einführungsleitung für einen suspendierten Faserstoff ("Dickstoff"), die in die Wandung eines insbesondere gebogenen Rohrstücks, welches einen Dünnstoff führt, mündet. Die Ausströmungsgeschwindigkeit des Dickstoffs aus der Einführungsleitung ist dabei vorzugsweise mindestens das Dreifache der Geschwindigkeit des im Mündungsbereich fließenden Dünnstoffs. Weiterhin mündet die Einführungsleitung vorzugsweise im mittleren Bereich des Rohrstücks.

In weiterer Ausgestaltung können die Mischeinrichtung 10 und/oder die weitere Mischeinrichtung 22 mit oder ohne einer bekannten Verweilbütte ausgestattet sein.

30

In der Figur ist überdies ein in einer Leitung zur Reinigungseinrichtung 10 vorgesehenes Steuerventil 28, eine zwischen der Kalklöscheinrichtung 14 und der

ersten Mischeinrichtung 12 vorgesehene Kalkpumpe 30, eine zwischen dem Presswasserbehälter 28 und dem Kristallisator 20 vorgesehene Presswasserpumpe 32, ein Mischbehälter 34 sowie eine zwischen der CO<sub>2</sub>-Versorgung 24 und dem CO<sub>2</sub>-Erhitzer 26 vorgesehene CO<sub>2</sub>-Pumpe 36 zu erkennen.

### Bezugszeichenliste

	10	Reinigungseinrichtung
	12	Erste Mischeinrichtung
5	14	Kalklöscheinrichtung
•	16	Presse
	18	Ausgleichsreaktor
	20	Kristallisator
	22	Weitere Mischeinrichtung
10	24	CO <sub>2</sub> -Versorgungseinrichtung oder zusätzliche
		CO <sub>2</sub> -Wiedergewinnungseinrichtung
	26	Optionaler CO <sub>2</sub> -Erhitzer
	28	Presswassertank
	30	Kalkpumpe
15	32	Presswasserpumpe
	34	Mischbehälter
	36	CO <sub>2</sub> -Pumpe

5

# Verfahren zur Aufbereitung von in einer Faserstoffsuspension enthaltenen Fasern

10

15

20

#### **Ansprüche**

- Verfahren zur Aufbereitung von in einer Faserstoffsuspension enthaltenen Fasern und/oder zur Aufbereitung von Streichfarbe für gestrichene Papiere mit den folgenden Schritten:
  - Bereitstellen von Fasern in Form einer Suspension mit einer vorgebbaren Feststoffkonzentration,
  - Beladen der Fasern mit einem Fällungsprodukt,
  - Mahlen der mit dem Fällungsprodukt beladenen Fasern zur Erzeugung von maximalen Abmessungen der Fällungsprodukteilchen in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 5  $\mu$  m,
  - wobei kristalline Fällungsproduktteilchen erzeugt werden und die Erzeugung der kristallinen Fällungsproduktteilchen in einem Online-Prozess direkt in der Stoffaufbereitungslinie erfolgt.

25

30

2. Verfahren nach Anspruch 1,

#### dadurch gekennzeichnet,

dass für den Online-Prozess zumindest eine der folgenden Einrichtungen und/oder Mittel eingesetzt wird: Reinigungseinrichtung (10), insbesondere HC-Reiniger, Mischeinrichtung (12), insbesondere statischer Mischer, Kalklöscheinrichtung (14), Presse (16), insbesondere Schraubenpresse oder Riemenpresse, Ausgleichsreaktor (18), Kristallisator (20), weitere Mischeinrichtung (22), insbesondere statischer Mischer, CO<sub>2</sub>-Versorgungseinrichtung (24) oder zusätzliche CO<sub>2</sub>-Wiedergewinnungseinrichtung, optio-

naler CO<sub>2</sub>-Erhitzer (26), optionaler chemischer Bleichmittelzusatz, Presswassertank (28).

- 3. Verfahren nach Anspruch 2,
- 5 dadurch gekennzeichnet,

dass das Presswasser auf der Kristallisatorseite als Verdünnungswasser verwendet wird.

- 4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3,
- 10 dadurch gekennzeichnet,

dass die weitere Mischeinrichtung (22) zur Feineinstellung des pH-Wertes der Faserstoffsuspension, vorzugsweise in einem Bereich zwischen 6 und 8, verwendet wird.

- 15 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  - dadurch gekennzeichnet,

dass die erste Mischeinrichtung (12) zum Einmischen der Kalkmilch in die Faserstoffsuspension verwendet wird.

- 20 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  - dadurch gekennzeichnet,

25

dass die Reinigungseinrichtung (10) zur Verhinderung einer während des Prozesses auftretenden Verunreinigung durch schwerere Materialien wie insbesondere Sand, Steine und Metallstücke eingesetzt wird.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet,

dass zumindest ein Teil des benötigten CO<sub>2</sub> durch ein CO<sub>2</sub>-Wiedergewinnungssystem bereitgestellt wird.

5

- 8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  - dadurch gekennzeichnet,

dass das Fällungsprodukt Calciumcarbonat ist.

10 9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet,

dass Fällungsprodukteilchen von einer rhomboedrisch Form mit einer jeweiligen Würfelgröße in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$ m erzeugt werden.

15

20

30

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet,

dass Fällungsprodukteilchen von einer skalenoedrischen Form mit einer jeweiligen Länge in einem Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2  $\mu$  m und einem jeweiligen Durchmesser in einem Bereich von etwa 0,01 bis etwa 0,5  $\mu$  m erzeugt werden.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet,

dass die Feststoffkonzentration der bereitgestellten Faserstoffsuspension in einem Bereich von etwa 5 bis etwa 60 % und vorzugsweise in einem Bereich von etwa 10 bis etwa 35 % gewählt wird.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet,

dass zum Beladen der Fasern mit Calciumcarbonat der Faserstoffsuspension Calciumoxid und/oder Calciumhydroxid zugesetzt und die Fällung

durch Beaufschlagen der Faserstoffsuspension mit Kohlendioxid ausgelöst wird.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet,

dass das Calciumhydroxid der Faserstoffsuspension in Flüssigform zugesetzt wird.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

#### 10 dadurch gekennzeichnet,

5

15

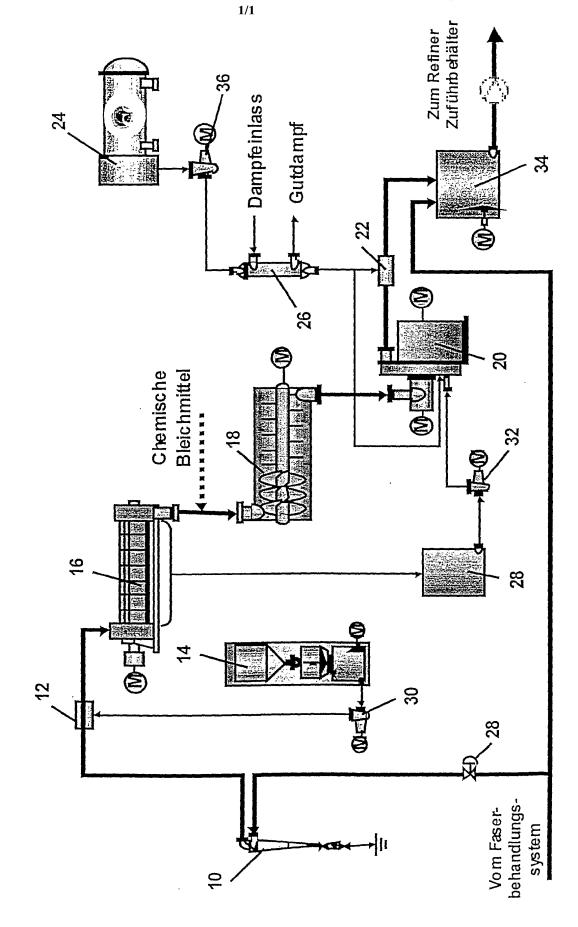
dass das Calciumhydroxid der Faserstoffsuspension in Trockenform zugesetzt wird.

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

#### dadurch gekennzeichnet,

dass das Kohlendioxid der Faserstoffsuspension bei einer Temperatur in einem Bereich von etwa -15 bis etwa 120 °C und vorzugsweise in einem Bereich von etwa 20 bis etwa 90 °C zugesetzt wird.

"Fiber Loading""-System



Internation Application No PCT/EP 03/01019

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 D21H17/70 D21H19/38

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

#### B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 D21H C09C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2001/000063 A1 (LESKELA MARKKU ET AL) 29 March 2001 (2001-03-29) claims 1-7; examples 1,2	1,5,8, 12,13
X	US 2001/045264 A1 (RHEIMS JORG ET AL) 29 November 2001 (2001-11-29) claims 1-32; figure 3	1,5,8, 12,13
X	US 5 223 090 A (TAN FREYA ET AL) 29 June 1993 (1993-06-29) cited in the application claims 1-20	1,5,8, 12,13
A	US 6 251 222 B1 (LESKELA MARKKU ET AL) 26 June 2001 (2001-06-26) the whole document	1–15
	-/	

X Further documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are listed in annex.
Special categories of cited documents:  'A' document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  'E' earlier document but published on or after the International filing date  'L' document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  'O' document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  'P' document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	<ul> <li>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</li> <li>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</li> <li>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</li> <li>"&amp;" document member of the same patent family</li> </ul>
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
9 May 2003	22/05/2003
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2	Authorized officer
NL - 2280 HV Rijsw  k Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Karlsson, L

Internation Application No
PCT/EP 03/01019

		PC1/EP 03/01019
C.(Continu	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Α	WO 99 54046 A (VIKMAN KAI ;METSAE SERLA OYJ (FI)) 28 October 1999 (1999-10-28) the whole document	1-15
<b>A</b>	EP 0 892 110 A (SCHWEITZER MAUDUIT INT INC) 20 January 1999 (1999-01-20) the whole document	1-15
A	US 6 143 064 A (VIRTANEN PENTTI) 7 November 2000 (2000-11-07) the whole document	1-15
Α	US 6 063 237 A (ADAMS JOHN MICHAEL ET AL) 16 May 2000 (2000-05-16) the whole document	_ 1-15

me auon on patent family members-

Internati Application No
PCT/EF 03/01019

				101761	03/01019
Patent docum cited in search		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
US 200100	0063 A1	29-03-2001	FI US AT AU CA DE DE DK EP ES WO JP NZ PT US	953238 A 2002084050 A1 205562 T 699733 B2 6227096 A 2223955 A1 69615192 D1 69615192 T2 835343 T3 0835343 A1 2163640 T3 9701670 A1 11508331 T 311044 A 835343 T 6251222 B1	30-12-1996 04-07-2002 15-09-2001 10-12-1998 30-01-1997 16-01-1997 18-10-2001 04-07-2002 12-11-2001 15-04-1998 01-02-2002 16-01-1997 21-07-1999 28-07-1998 30-01-2002 26-06-2001
US 200104	5264 A1	29-11-2001	DE CA EP	10033805 A1 2348815 A1 1158088 A2	29-11-2001 26-11-2001 28-11-2001
US 522309	O A	29-06-1993	AT AU BG BR CZ DEEPSIUPPR MXL RCU SWO US	158036 T 650968 B2 1584592 A 98139 A 9205696 A 2103549 A1 9301830 A3 69222190 D1 69222190 T2 0690938 A1 2107532 T3 933789 A 67632 A2 3145707 B2 6507944 T 213456 B1 9200975 A1 171323 B1 110837 B1 2098534 C1 87293 A3 9215754 A1 RE35460 E	15-09-1997 07-07-1994 06-10-1992 30-06-1994 24-05-1994 07-09-1992 13-04-1994 16-10-1997 26-02-1998 10-01-1996 01-12-1997 30-08-1993 28-04-1995 12-03-2001 08-09-1994 02-08-1999 01-09-1992 30-04-1997 30-04-1997 30-04-1996 10-12-1997 06-04-1994 17-09-1992 25-02-1997
US 625122	2 B1	26-06-2 <u>0</u> 01	FI AT AU CA DE DE DK EP ES WO JP NZ	953238 A 205562 T 699733 B2 6227096 A 2223955 A1 69615192 D1 69615192 T2 835343 T3 0835343 A1 2163640 T3 9701670 A1 11508331 T 311044 A	30-12-1996 15-09-2001 10-12-1998 30-01-1997 16-01-1997 18-10-2001 04-07-2002 12-11-2001 15-04-1998 01-02-2002 16-01-1997 21-07-1999 28-07-1998

internation on patent family members

Internati Application No
PCT/EP 03/01019

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
US 6251222	B1		PT US US	835343 T 2002084050 A1 2001000063 A1	30-01-2002 04-07-2002 29-03-2001
WO 9954046	Α	28-10-1999	FI AU WO	980848 A 3423399 A 9954046 A1	17-10-1999 08-11-1999 28-10-1999
EP 0892110	A	20-01-1999	US BR CA EP JP	5921249 A 9801647 A 2231488 A1 0892110 A1 11093097 A	13-07-1999 28-09-1999 14-01-1999 20-01-1999 06-04-1999
US 6143064	A	07-11-2000	FI FI AU BR CA CN EP WO JP	961003 A 964365 A 706130 B2 2097197 A 9707928 A 2247968 A1 1217007 A ,B 0956316 A1 9732934 A1 2000506205 T	05-09-1997 30-04-1998 10-06-1999 22-09-1997 04-01-2000 12-09-1997 19-05-1999 17-11-1999 12-09-1997 23-05-2000
US 6063237	A	16-05-2000	AU AU BR CA EP WO JP NO ZA	689715 B2 5284596 A 9606312 A 2192540 A1 0789670 A1 9632354 A1 10505055 T 965278 A 9602892 A	02-04-1998 30-10-1996 02-09-1997 17-10-1996 20-08-1997 17-10-1996 19-05-1998 07-02-1997 24-10-1996

Internationales Aktenzeichen PCT/EF 03/01019

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 7 D21H17/70 D21H19/38

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

#### B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchlerter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole ) IPK - 7 - D21H - C09C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

X US 2001/000063 A1 (LESKELA MARKKU ET AL) 29. März 2001 (2001-03-29) Ansprüche 1-7; Beispiele 1,2  X US 2001/045264 A1 (RHEIMS JORG ET AL) 29. November 2001 (2001-11-29) Ansprüche 1-32; Abbildung 3  X US 5 223 090 A (TAN FREYA ET AL) 29. Juni 1993 (1993-06-29) in der Anmeldung erwähnt Ansprüche 1-20  A US 6 251 222 B1 (LESKELA MARKKU ET AL) 26. Juni 2001 (2001-06-26) das ganze Dokument  1,5,8, 12,13 1,5,8, 12,13 1-15	U. ALS WE	SENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN	<del>T </del>
29. März 2001 (2001-03-29)     Ansprüche 1-7; Beispiele 1,2  X US 2001/045264 A1 (RHEIMS JORG ET AL)     29. November 2001 (2001-11-29)     Ansprüche 1-32; Abbildung 3  X US 5 223 090 A (TAN FREYA ET AL)     29. Juni 1993 (1993-06-29)     in der Anmeldung erwähnt     Ansprüche 1-20  A US 6 251 222 B1 (LESKELA MARKKU ET AL)     26. Juni 2001 (2001-06-26)     das ganze Dokument	Kategorie®	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
29. November 2001 (2001-11-29)	Х	29. März 2001 (2001-03-29)	
29. Juni 1993 (1993-06-29) in der Anmeldung erwähnt Ansprüche 1-20  A US 6 251 222 B1 (LESKELA MARKKU ET AL) 26. Juni 2001 (2001-06-26) das ganze Dokument	X	29. November 2001 (2001-11-29)	
26. Juni 2001 (2001-06-26) das ganze Dokument	X	29. Juni 1993 (1993-06-29) in der Anmeldung erwähnt	
_/	A	26. Juni 2001 (2001-06-26)	1-15

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen	X Siehe Anhang Patentfamilie
<ul> <li>Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen:</li> <li>'A' Veröffentlichung, die den altgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</li> <li>'E' älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</li> <li>'L' Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</li> <li>'O' Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</li> <li>'P' Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</li> </ul>	<ul> <li>*T' Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</li> <li>*X' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</li> <li>*Y' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</li> <li>*&amp;' Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</li> </ul>
9. Mai 2003	22/05/2003
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5318 Patentlaan 2 NL. – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Bevollmächtigter Bediensteter  Karlsson, L

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 03/01019

		PCT/EF 03	0/01013
C.(Fortsetz	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der In Betracht komme	enden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 99 54046 A (VIKMAN KAI ;METSAE SERLA OYJ (FI)) 28. Oktober 1999 (1999-10-28) das ganze Dokument		1-15
Α	EP 0 892 110 A (SCHWEITZER MAUDUIT INT INC) 20. Januar 1999 (1999-01-20) das ganze Dokument		1-15
A	US 6 143 064 A (VIRTANEN PENTTI) 7. November 2000 (2000-11-07) das ganze Dokument		1-15
А	US 6 063 237 A (ADAMS JOHN MICHAEL ET AL) 16. Mai 2000 (2000-05-16) das ganze Dokument		1–15

Angaben zu Veröffentlichungen, zur seiben Patentfamilie gehören

Internation Aktenzeichen
PCT/EP 03/01019

				10171	.P 03/01019
lm Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 2001000063	A1	29-03-2001	FI US AU AU CA DE DK EP ES WO JP NZ PT US	953238 A 2002084050 A1 205562 T 699733 B2 6227096 A 2223955 A1 69615192 D1 69615192 T2 835343 T3 0835343 A1 2163640 T3 9701670 A1 11508331 T 311044 A 835343 T 6251222 B1	30-12-1996 04-07-2002 15-09-2001 10-12-1998 30-01-1997 16-01-1997 18-10-2001 04-07-2002 12-11-2001 15-04-1998 01-02-2002 16-01-1997 21-07-1999 28-07-1998 30-01-2002 26-06-2001
US 2001045264	A1	29-11-2001	DE CA EP	10033805 A1 2348815 A1 1158088 A2	29-11-2001 26-11-2001 28-11-2001
US 5223090	A	29-06-1993	AT AU BG CA DE DE ESI UP FR KX PRO US	158036 T 650968 B2 1584592 A 98139 A 9205696 A 2103549 A1 9301830 A3 69222190 D1 69222190 T2 0690938 A1 2107532 T3 -933789 A 67632 A2 3145707 B2 6507944 T 213456 B1 9200975 A1 171323 B1 171323 B1	15-09-1997 07-07-1994 06-10-1992 30-06-1994 24-05-1994 07-09-1992 13-04-1994 16-10-1997 26-02-1998 10-01-1996 01-12-1997 30-08-1993 28-04-1995 12-03-2001 08-09-1994 02-08-1999 01-09-1992 30-04-1997 30-04-1997 30-04-1997 06-04-1994 17-09-1992 25-02-1997
US 6251222	B1	26-06-2001	FI AU CA DDE DDK EP ES WP NZ	953238 A 205562 T 699733 B2 6227096 A 2223955 A1 69615192 D1 69615192 T2 835343 T3 0835343 A1 2163640 T3 9701670 A1 11508331 T 311044 A	30-12-1996 15-09-2001 10-12-1998 30-01-1997 16-01-1997 18-10-2001 04-07-2002 12-11-2001 15-04-1998 01-02-2002 16-01-1997 21-07-1999 28-07-1998

Angaben zu Veröffentlichungen, zur selben Patentfamilie gehören

Internation Aktenzeichen
PCT/EP 03/01019

lm Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 6251222 B:	L	PT	835343		30-01-2002
		US US	2002084050		04-07-2002
			2001000063		29-03-2001
WO 9954046 A	28-10-1999	FI	980848	Α	17-10-1999
		AU	3423399	Α	08-11-1999
		MO	9954046	A1	28-10-1999
EP 0892110 A	20-01-1999	US	5921249	Α	13-07-1999
E. 0032110 7	20 01 1555	BR	9801647		28-09-1999
		ČA	2231488		14-01-1999
		EP	0892110		20-01-1999
,		JP	11093097		06-04-1999
US 6143064 A	07-11-2000	FI	961003	Α	05-09-1997
		FΙ	964365		30-04-1998
•		ΑU	706130	B2	10-06-1999
	*	ΑU	2097197	Α	22-09-1997
		BR	9707928		04-01-2000
		CA	2247968		12-09-1997
		CN	1217007		19-05-1999
		EP	0956316		17-11-1999
•		WO	9732934		12-09-1997
		JP	2000506205	T 	23-05-2000 -
US 6063237 A	16-05-2000	AU	689715	B2 _	02-04-1998
•		AU	5284596		30-10-1996
		BR	9606312		02-09-1997
		CA	2192540		17-10-1996
		EP	0789670		20-08-1997
		MO	9632354		17-10-1996
		JP	10505055	Ţ	19-05-1998
		NO	965278		07-02-1997
		ZA	9602892	Α	24-10-1996